

⑩ 日本国特許庁 (JP) 、
⑪ 公開特許公報 (A)

⑫ 特許出願公開
昭55—80711

⑬ Int. Cl.³
C 01 B 31/04
C 04 B 35/54

識別記号

庁内整理番号
6765—4G
7412—4G

⑭ 公開 昭和55年(1980)6月18日

発明の数 1
審査請求 有

(全 8 頁)

⑮ 可撓性黒鉛製品の製造方法

⑯ 特 願 昭53—148648
⑰ 出 願 昭53(1978)12月2日
⑱ 発 明 者 近藤照久
豊中市豊中町1丁目28番地8号
⑲ 発 明 者 石黒二郎
吹田市大字山田上290番地の1K
7—5
⑳ 発 明 者 渡辺信淳

長岡京市うぐいす台136
⑰ 出 願 人 近藤照久
豊中市東豊中町1丁目28番地8号
⑱ 出 願 人 石黒二郎
吹田市大字山田上290番地の1
⑲ 出 願 人 渡辺信淳
長岡京市うぐいす台136
㉑ 代 理 人 弁理士 小田治親

明 細 書

1. 発明の名称

可撓性黒鉛製品の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 黒鉛を硝酸中に分散、スラリー化せしめ、過マンガン酸塩にて酸化処理したのち、水洗し、単糖の還元生成物及び単糖二量体よりなる群から選ばれた少なくとも一種のホウ酸エステルの周期律表第2族の金属より選ばれた少なくとも一種の金属の金属塩水溶液に浸漬処理し、加熱膨張せしめた可撓性黒鉛を加圧成形することを特徴とする黒鉛製品の製造方法。

(2) 上記単糖還元生成物がソルビトール、マンニトールであり、単糖二量体がショ糖、麦芽糖、乳糖であることを特徴とする前記第1項記載の製造方法。

(3) 上記周期律表第2族の金属がマグネシウム、カルシウム、亜鉛、バリウムであることを特徴とする前記第1項記載の製造方法。

(4) 硝酸が60—95重量%濃度の硝酸である

(1)

ことを特徴とする前記第1項記載の製造方法。

(5) 硝酸を黒鉛に対して300—500重量%用いることを特徴とする前記第1項記載の製造方法。

(6) 過マンガン酸塩を黒鉛に対して4—20重量%用いることを特徴とする前記第1項記載の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は可撓性黒鉛製品の製造方法に関する。さらに詳しくは、耐熱性にすぐれ、化学的に不活性で、硫黄、塩素を含まない可撓性黒鉛製品の製造方法に関する。

従来、可撓性黒鉛製品の製造方法について、種種の方法が提案されており、一般に、耐熱性、化学的不活性なる可撓性黒鉛製品は原料黒鉛とのカサ比重比で高倍率に膨張せしめた可撓性黒鉛を加圧によりシート状に成形し、これを所定の形状に加工して製品とされるものである。例えば、特公昭44—23966号明細書によれば、天然黒鉛、キャンシュ黒鉛または熱分解黒鉛を濃硫酸および濃

(2)

硝酸より成る酸化浴中に適当な時間、温度で浸漬、処理すると浸潤した黒鉛粒子が得られ、ついで、これを水洗し、温度1000℃まで加熱して得られるC軸方向（炭素層に垂直な方向）に80倍以上、望ましくは100～300倍に膨張した外觀が芋虫状、蠕虫状の黒鉛粒子を、何んら接着剤または膠着剤を使用せずにロール成形し、可撓性黒鉛シートとさせる方法が知られている。

又、上記可撓性黒鉛シート材料を得る際の黒鉛の酸化消耗を改善する目的で提案された方法として、特開昭52-35205号明細書に記載されている方法が知られている。該明細書によると、黒鉛を濃硫酸および濃硝酸より成る酸化浴中に常温で適当時間浸漬処理し、そののちpH値で4～7になるまで水洗された浸潤黒鉛を酸化抑制処理として0.05～1.0モル濃度のリン酸またはリン酸塩水溶液に0.5～10時間浸漬して酸化抑制処理を行ない、得られる酸化抑制処理浸潤黒鉛を大気圧下空气中で600～800℃で膨張処理する。こうして得られるところの、原材料とのかさ密度

(3)

硫酸化合物（ $-SO_4H$ ）あるいは塩素化合物が残留、固定化され、これら化合物を除去するため、可撓性黒鉛が空気中の酸素で酸化されない温度領域で長時間熱処理しても完全な除去は困難であり、経済的ではない。

可撓性黒鉛に残留する硫酸および塩素化合物は該黒鉛成形製品がシール材などに適用された場合、接触する金属、例えばステンレス鋼の耐食性不動態皮膜を破壊、溶解して孔食あるいは隙間腐食を惹起、助長し、実用上問題がある。また、これら残留元素は可撓性黒鉛製品を電極など電気化学的用途に応用するとき、好ましくない結果をもたらす欠点がある。

そこで、本発明者は鋭意研究の結果、硝酸及び過マンガン酸塩の組合せにて黒鉛の酸化処理を行ない、さらに単糖の還元生成物及び単糖二量体よりなる酢から選ばれた少くとも一種のホウ酸エステル、周期律表第2族の金属より選ばれた少くとも一種の金属の金属塩水溶液で処理して得られる浸潤黒鉛を加熱処理して膨張させた可撓性黒鉛

(5)

比で20～70倍に膨張した黒鉛粒子を加圧成形して可撓性黒鉛シートとするものである。

このように、一般に、浸潤黒鉛は、95～98多という極めて高い濃度の濃硫酸を含む酸化媒体、例えば、濃硫酸と硝酸過塩素酸、クロム酸、過マンガン酸カリウム、炭素酸、または過炭素酸などを組合せた酸化剤、特に典型的な酸化剤として濃硝酸あるいは過塩素酸と濃硫酸よりなる酸化媒体で酸化処理して得られることが多い。これらの方法ではいずれも高濃度の濃硫酸を用いるために作業上種々の危険を伴ない、使用した高濃度の酸化媒体の処理に困難を伴ない、コスト的にも負担が大きく、経済性も悪い。

又、上記の濃硫酸、過塩素酸を用いる方法で得られる浸潤黒鉛を加熱膨張せしめた芋虫状、蠕虫状の可撓性黒鉛を加圧成形してなる可撓性黒鉛シートは、硫酸および/または塩素化合物の残留を避け得られない。これは酸化処理された浸潤黒鉛の膨張工程が高温ではあるが、短時間急速になされることが原因しており、そのままではかなりの

(4)

を加圧成形することにより、金属に対する発錆要因となるなどの好ましくない硫酸および/または塩素化合物を含まない耐酸化消耗性、引張強度、取扱性、ガス不透過性に優れた可撓性黒鉛製品が得られることを知見し、本発明に到達したものである。

しかして、本発明の一つの目的は、残留物としての硫酸および/または塩素化合物を含まず、耐熱性にすぐれ、化学的に不活性の可撓性黒鉛製品の製造方法を提供することにある。

本発明の他の一つの目的は、比較的薄い硝酸を用いることにより作業性がよい上記特徴を有する可撓性黒鉛製品の製造方法を提供することにある。

本発明の更に他の一つの目的は、用いた硝酸の回収率がよく、リサイクルにより有利に実施できる上記特徴を有する可撓性黒鉛製品の製造方法を提供することにある。

上記及びその他の諸目的、諸特徴及び諸利益は、以下に記載する詳細な説明から明かとならう。

本発明によれば、黒鉛を硝酸中に分散、スラリー

(6)

化せしめ、過マンガン酸塩にて酸化処理したのち、水洗し、単糖の還元生成物及び単糖二量体よりなる群から選ばれた少くとも一種のホウ酸エステル、周期律表第2族の金属より選ばれた少くとも一種の金属の金属塩水溶液に浸漬処理し、加熱膨張せしめた可塑性黒鉛を加圧成形することを特徴とする黒鉛製品の製造方法が提供される。

本発明で用いられる黒鉛粒子は天然黒鉛、キynchu黒鉛、熱分解黒鉛などが使用できるが、特に天然薄片状黒鉛がよく、その粒度は5~100メッシュ、純度が高く、形状が肉厚なものが酸化処理、水洗、膨張処理および加圧成形の作業性がよく、得られる成形製品の状態が良いので好ましく用いることができる。用いる硝酸の濃度は、60~95重量%、好ましくは75~80重量%である。使用量は要は黒鉛化スラリー化するだけの量があればよく、一般には黒鉛に対して300~500重量%である。過マンガン酸塩としては過マンガン酸カリ、過マンガン酸ソーダ、過マンガン酸アンモニウムなどを用いることができ、使用

(7)

本発明による炭素質物質に対する耐酸化剤、即ち、上記の如く定義される糖類ホウ酸エステル金属塩は新規化合物である。この化合物は、上に定義した多水酸基を有する糖類とホウ酸とを反応せしめ、得られる糖類ホウ酸エステルを周期律表第2族の金属の化合物で中和して得られるポリオキシホウ酸エステル金属化合物である。上記した金属のホウ酸塩は水に不溶又は難溶性であるのに対して、本発明による耐酸化剤である糖類ホウ酸モノエステル金属塩は水に可溶性又は易溶性であり、容易に水溶液とすることができ、有利に用いることができる。

本発明の方法に於いて、周期律表第2族の金属であるマグネシウム、カルシウム、亜鉛、バリウムなどの化合物としては、酸化物、水酸化物、炭酸塩又は塩基性炭酸塩が好ましく用いられる。塩基性炭酸塩の例としては、 $(MgCO_3)_4 \cdot Mg(OH)_2 \cdot 5H_2O$ が挙げられる。本発明の方法によれば、目的とするポリオキシホウ酸エステル金属塩は次のようにして調製することができる。単糖の還元生

(9)

量は黒鉛に対して約4~20重量%、好ましくは7~10重量%が用いられる。酸化処理の温度は、常温から使用した濃度の硝酸の沸点以下の温度が用いられる。酸化処理時間は、約1~5時間、好ましくは約2~4時間である。酸化処理の後、水洗を行なうが、水洗は手早く実施し、水洗液のpHが2以上、好ましくはpHが4以上になるまで洗えばよい。

本発明に於ける単糖の還元生成物としては、例えば、ブドウ糖又は果糖の還元生成物であるソルビトール又はマンニトールなどを用いることができる。単糖二量体は一般に二糖類と呼ばれるもので、例えばショ糖、麦芽糖、乳糖などが挙げられる。又、周期律表第2族の金属としては、マグネシウム、カルシウム、亜鉛、バリウムなどを有利に用いることができる。上記した単糖の還元生成及び単糖二量体(以下両者を、簡単のために“糖類”と呼ぶ)は単独又は混合物の形で用いることができる。周期律表第2族の金属も、単独又は組合せて用いることができる。

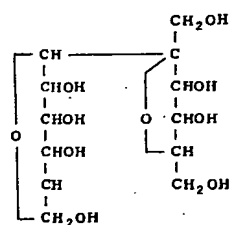
(8)

成物及び単糖二量体よりなる群から選ばれた少くとも一種の糖類を糖類に対して約30~100重量%、好ましくは50~60重量%の水に溶解させる。得られる糖類水溶液にホウ酸を添加してエステル化反応をさせる。用いるホウ酸の量は、糖類1モルに対して0.5~2モル、好ましくは0.5~1.5モルの範囲の量を用いることができるが、最も好ましいのは1モルである。エステル化反応は通常の脱水エステル化反応の条件下で行なうことができ、温度は約105~130℃、好ましくは110~120℃の範囲、時間は、温度に依存するが、一般には2~5時間の範囲内で反応を行なわせることができる。このようにして得られたホウ酸エステルを水で稀釈し、30~80重量%、好ましくは40~60重量%の水溶液とし、これにエステル中のホウ素を無水ホウ酸に換算した量1モルに対して金属化合物を金属酸化物に換算して1~3モルとなるように金属化合物を加える。この際、エステル中のホウ素の量は、ホウ酸エステル生成反応が定量的なので簡単に知ることがで

(10)

きる。添加した金属化合物とエステルとのエステル金属塩生成反応の温度は臨界的ではなく、室温付近で反応は十分に進行するが、必要に応じ加温して反応速度を上げることもできる。撹拌しながら20-30分反応させると、目的の糖類ホウ酸エステル金属塩を得ることができる。

本発明の方法に用いる上記の糖類ホウ酸エステル金属塩の生成の操作を、糖類としてシヨ糖を例にとつて以下に説明する。よく知られているようにシヨ糖は式



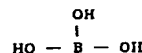
で表わされるポリオキシ化合物である。このシヨ糖構造式中のOH基に対して式

(11)

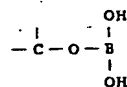
く一部分散するが、実際の使用にはさしつかえず所期の目的を達成することができる。

上記のようにして得られた糖類ホウ酸エステル金属塩は前述のように水に可溶性又は易溶性であり、硝酸及び過マンガン酸塩で処理した黒鉛に容易に含浸せしめることができ、該ホウ酸エステル金属塩を含浸して得られる黒鉛を約600-1,000℃の温度で加熱膨張せしめた可撓性黒鉛を加圧成形すると、実際に際して好ましくない脆軟および/または塩素の化合物を含まず、化学的に安定で且つすぐれた耐酸化性を有する黒鉛製品を得ることができる。上記の加熱膨張は膨張した黒鉛のカサ比重が約0.005-0.015になるまで行なわせることができ、上記加圧成形の圧力は約80-400 kg/cm、好ましくは約100-200 kg/cm²を用いることができる。この際、注目すべきことは、耐酸化剤として用いた上記の糖類ホウ酸エステル金属塩の有機成分が、上記した加熱処理の際に、炭化され、こうして生成する残留炭素が上記加圧成形時にバインダー的役目を果

(13)



で表わされるホウ酸が反応し、脱水エステル化を起し、



で表わされるエステル結合を形成する。エステル結合の位置は上記のシヨ糖構造式中の3個の-CH₂OHのいずれかにあると信じられ、エステル形成後の上記のエステル構造のH基(酸性)を、Mg, Ca, Zn, Baなどの第2族の金属の酸化物、水酸化物、炭酸塩、塩基性炭酸塩などの化合物によつて中和することにより、本発明の方法に用いるシヨ糖ホウ酸エステル金属塩が得られるものである。

このようにして得られた糖類ホウ酸エステル金属塩は、エステル分の中のホウ酸分/糖類分のモル比が1又はそれ以下の場合は完全に水溶性であるが、1を超える場合には完全に水溶性ではな

(12)



たすため、付加的なバインダーを一切用いることなく、すぐれた成形品を得ることのできることである。

次に、本発明による可撓性黒鉛製品の製造方法についての一般的方法について述べる。

黒鉛を硝酸に分散・スラリー化し、これに黒鉛重量に対して約4-20重量%以上、好ましくは7-10重量%の過マンガン酸塩、例えば過マンガン酸カリウムを少量宛添加、撹拌して酸化処理を行なつたあと、pH値で2以上、好ましくは4以上になるまで水洗する。こうして得られた極細黒鉛を糖類ホウ酸エステル金属塩、例えばシヨ糖ホウ酸エステルマグネシウム塩の2-5重量%水溶液に1-5時間浸漬処理して酸化抑制および加圧成形時の結合力増強処理を行なう。つぎにこの処理黒鉛の含水率が30-50%になるまで脱液、乾燥したのち、600-1000℃で膨張処理を行ない、カサ比重が0.005-0.015になるまで膨張した可撓性膨張黒鉛粒子を製造し、そののち、圧縮成形、ロール成形などの適当な方法で0.8-1.8

(14)

の比重になるように加圧成形して所定の形状の可撓性黒鉛製品を得ることができるが、上記の可撓性膨張黒鉛粒子は接着剤、膠着剤などの結合剤を使用せずとも、可撓性黒鉛製品に成形し得る機械的結合力を有している。

黒鉛の酸化処理に過マンガン酸塩を使用するのは、比較的低濃度の硝酸にて加圧成形するに十分な膨張をなす湿潤黒鉛が得られるからである。その使用量は前記したように、過マンガン酸塩、例えば過マンガン酸カリウムの使用量は、黒鉛重量に対して約4-20重量%以上、好ましくは7-10重量%が適当である。硝酸のみの酸化処理によつて、加圧成形するに十分な膨張をなす湿潤黒鉛を得るには、発煙硝酸による酸化処理を必要とし、副的に発生する多量の濃厚な酸化窒素の処理が困難であり、多大の費用を要するので経済的に好ましくない。

前記したように、糖類ホウ酸エステル金属塩による処理の効果は、加熱膨張時における黒鉛粒子の酸化抑制と、加圧成形黒鉛の加圧成形後の製品

(15)

又、本発明に用いた硝酸は比較的低濃度のものであるが、使用後も、更に過マンガン酸塩を必要量添加使用することにより、有利にリサイクリングして用いることができ、少くとも10回以上約20回位までの再利用が可能であるという利点がある。

次に、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明の範囲は以下の実施例に限定されるものではない。

(17)

特開昭55-80711(5)

に対する耐酸化性賦与、ならびに上記した加圧成形時における可撓性黒鉛粒子間の機械的結合力の増強にある。

上記した如く、本発明の方法によれば、黒鉛を硝酸-過マンガン酸塩より成る酸化媒体にて処理後、糖類ホウ酸エステル金属塩で酸化抑制処理し、そのあと黒鉛のカサ比重が約0.005-0.015になるまで膨張せしめた黒鉛粒子を加圧成形して可撓性黒鉛製品をつくるため、製品中に好ましくない硫黄および/または塩素化合物を含まず、シール材として適用したとき、相手金属の耐食性不動腐食膜を破壊、溶解して孔食あるいは隙間腐食を惹起、助長することなく、また糖類ホウ酸エステル金属塩の分解により残留する炭素質は可撓性黒鉛粒子の間の機械的結合力を増強する効果を示し、さらに成分であるホウ素と金属はセラミック化することにより、湿潤黒鉛の加熱時および加圧成形後の製品の酸化消耗を抑制するため、500℃以上の酸化雰囲気中でも酸化による減量が極めて少なく、汎用性がある。

(16)

実施例1

カサ比重0.81、粒度50~80メッシュのマグネシウム酸塩黒鉛100gを75g硝酸400g中に分散、攪拌しながら、温度30℃で過マンガン酸カリウム7gを少量宛添加、反応せしめた。過マンガン酸カリウムの添加により、内容物の温度は上昇し、約40℃になつた。過マンガン酸カリウムの添加後、内容物を加熱し、2時間、60℃の温度に維持し、酸化反応を完結せしめた。遠心分離によつて脱液したのち、pH値で6になるまで水洗した。水洗された湿潤黒鉛を遠心分離により水分約30%になるまで脱水した。得られたものを3重量%濃度のシロ糖ホウ酸エステルマグネシウム塩水溶液200cc中に1時間浸漬した。シロ糖ホウ酸エステルマグネシウム塩水溶液で処理した湿潤黒鉛を遠心分離機にかけ、該ホウ酸エステルマグネシウム塩水溶液の含有率を30%に調整した。つぎに処理黒鉛を温度100℃以下で乾燥した後、1000℃の電気炉中で約1時間加熱処理すると、カサ比重0.012の膨張した虫状形

(18)

可撓性黒鉛粒子が得られた。

得られた虫状黒鉛5gを100×150mm寸法の金型に入れ、プレス機にて100kg/cm²の面圧で加圧成形した後、800℃に加熱し、さらに100kg/cm²の面圧で再加圧し、等速ロール機にて加圧し、成形表面を調整した。得られた可撓性シートは厚みは0.3mmであつた。この可撓性シートの30×60mmの試験片を600℃の温度で4時間保持し、処理前後の重量差より酸化消耗率を算出した。又、引張強さの測定は、JISK-6301-1975第3項に規定されている引張強度試験方法を準用して行なつた。固有抵抗については、日本炭素協会規格(JCAS-15-1971)の試験項目6-1-6(b)に規定されている電圧降下法に準拠し、15×60×0.4mmの試験片を用いて測定した。結果を第1表に示す。

実施例2

カサ比重0.67、粒度50-100メッシュの中共産物炭黒鉛、100gを80g硝酸400g中に分散、攪拌しながら、温度30℃で過マンガン

(19)

得られた虫状黒鉛5gを用い、実施例1と同様にして特性を調べた結果を第1表に示す。

実施例3

カサ比重0.64、粒度42-80メッシュの北朝鮮産塊状黒鉛、100gを80g硝酸400g中に分散、攪拌しながら、温度30℃で過マンガン酸カリ8gを少量添加、添加反応せしめた。過マンガン酸カリの添加によつて、内容物の温度は約10度上昇した。過マンガン酸カリの添加後、内容物を加熱し、3時間、60℃の温度に維持し、酸化反応を完結せしめた。遠心分離によつて脱液したのち、pH値で6になるまで水洗した。

水洗された炭黒鉛を遠心分離により水分約30%になるまで脱水した。得られたものを3重量%濃度のシヨ糖ホウ酸エステルマグネシウム塩水溶液200cc中に1時間浸漬した。シヨ糖ホウ酸エステルマグネシウム塩水溶液で処理した炭黒鉛を遠心分離機にかけ、該ホウ酸エステルマグネシウム塩水溶液の含有率を30%に調整した。つぎに処理黒鉛を温度100℃以下で乾燥した後、

(21)

特開昭55-80711(6)

ン酸カリ10gを少量添加、添加反応せしめた。過マンガン酸カリの添加によつて、内容物の温度は約10度上昇した。過マンガン酸カリの添加後、内容物を加熱し、3時間、60℃の温度に維持し、酸化反応を完結せしめた。遠心分離によつて脱液したのち、pH値で5になるまで水洗した。

水洗された炭黒鉛を遠心分離により水分約30%になるまで脱水した。得られたものを3重量%濃度のシヨ糖ホウ酸エステルマグネシウム塩水溶液200cc中に1時間浸漬した。シヨ糖ホウ酸エステルマグネシウム塩水溶液で処理した炭黒鉛を遠心分離機にかけ、該ホウ酸エステルマグネシウム塩水溶液の含有率を30%に調整した。つぎに処理黒鉛を温度100℃以下で乾燥した後、1000℃の電気炉中で約1分間加熱処理すると、カサ比重0.012の膨張した虫状形可撓性黒鉛粒子が得られた。

つぎに処理黒鉛を1000℃の電気炉中で約1分間加熱処理するとカサ比重0.010の膨張した可撓性黒鉛粒子が得られた。

(20)

1000℃の電気炉中で約1分間加熱処理すると、カサ比重0.012の膨張した虫状形可撓性黒鉛粒子が得られた。

つぎに処理黒鉛を1000℃の電気炉中で約1分間加熱処理するとカサ比重0.009の膨張した可撓性黒鉛粒子が得られた。

得られた虫状黒鉛5gを用い、実施例1と同様にして特性を調べた結果を第1表に示す。

比較例

シヨ糖ホウ酸エステルマグネシウム塩水溶液による処理を一切行なわなかつた以外は実施例1と同様にして得た虫状黒鉛を、実施例1と同様にして特性を調べた結果を第1表に示す。

(22)

昭和54年7月22日

第1表

実施例番号	比重	引張り強さ、 K_g/cm^2	酸化消耗率、 %	固有抵抗、 $\mu\Omega/cm$
1	1.2	68	36.8	600
2	1.2	66	31.5	600
3	1.2	69	30.2	550
比較例	1.2	60	80.7	500

特許出願人

近藤 照久
石黒 二郎
渡辺 信淳

特許庁長官 川原 能雄 殿

1. 事件の表示

昭和53年特許願第148648号

2. 発明の名称

可焼性黒鉛製品の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 〒560 大阪府豊中市東豊中町1丁目28番8号

氏名 近藤 照久 (他2名)

4. 代理人

住所 東京都港区虎ノ門3丁目13番2号竹八ビル6階

氏名 (8069) 弁理士 小田 治 親

5. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄

6. 補正の内容

別紙の通り



(23)

補正の内容(特願昭53-148648号)

本願明細書を下記の通り補正する。

1. 明細書の第4頁第5行

「濃硫酸と硝酸過塩素酸」を「濃硫酸と硝酸、過塩素酸」と補正する。

2. 明細書の第4頁第17行

「硫黄および/または塩素化合物」を「硫黄および塩素の化合物」と補正する。

3. 明細書の第4頁第19行

「短時間急速に」を「短時間で急速に」と補正する。

4. 明細書の第6頁第2行-第3行

「硫黄および/または塩素化合物」を「硫黄および塩素の化合物」と補正する。

5. 明細書の第6頁第8行

「硫黄および/または塩素化合物」を「硫黄および塩素の化合物」と補正する。

6. 明細書の第7頁第10行-第11行

「その粒度は5~100メッシュ、純度が高く、形状が円原なものが」を「その粒度は5~100

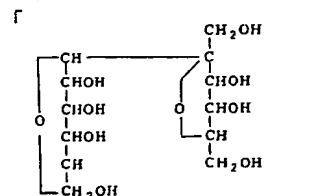
(2)

メッシュで、純度が高いものが」と補正する。

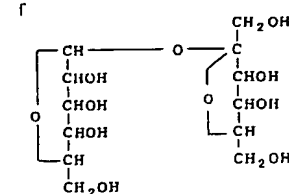
7. 明細書の第7頁第16行

「使用量は要は黒鉛化スラリー化する」を「使用量は要は黒鉛をスラリー化する」と補正する。

8. 明細書の第11頁のシの糖の式



を式



」と補正する。

(3)

9. 明細書の第13頁第9行-第10行

「硫黄および／または塩素の化合物」を「硫黄および塩素の化合物」と補正する。

10. 明細書の第13頁第15行

「約80-400 Kg/cm^2 」を「約80-400 Kg/cm^2 」と補正する。

11. 明細書の第14頁第6行

「黒鉛を硝酸に分散」を「黒鉛を濃度60-95重量%の硝酸に分散」と補正する。

12. 明細書の第14頁第13行-第14行

「1-5時間浸漬処理して」を「30分-数十時間浸漬処理して」と補正する。

13. 明細書の第15頁第15行

「副的に発生する」を「副次的に発生する」と補正する。

14. 明細書の第16頁第10行

「硫黄および／または塩素酸化物」を「硫黄および塩素の酸化物」と補正する。

15. 明細書の第20頁第16行

「カサ比重0.012の膨脹した」を「カサ比重

(4)

0.010の膨脹した」と補正する。

16. 明細書の第20頁第18行-第20行

「つぎに処理黒鉛を1000℃の電気炉中で約1分間加熱処理するとカサ比重0.010の膨脹した可挽性黒鉛粒子が得られた。」を削除する。

17. 明細書の第22頁第2行

「カサ比重0.012の膨脹した」を「カサ比重0.009の膨脹した」と補正する。

18. 明細書の第22頁第4行-第6行

「つぎに処理黒鉛を1000℃の電気炉中で約1分間加熱処理するとカサ比重0.009の膨脹した可挽性黒鉛粒子が得られた。」を削除する。

19. 明細書の第23頁

第1表中実施例番号1

第 1 表				
実施例番号	比 重	引張り強さ、 Kg/cm^2	酸化消耗率、 %	固有抵抗、 $\mu\Omega\text{cm}$
1	1.2	68	36.8	600
2	1.2	66	31.5	600
3	1.2	69	30.2	550
比較例	1.2	60	80.7	500

(5)

「

第 1 表

実施例番号	比 重	引張り強さ、 Kg/cm^2	酸化消耗率、 %	固有抵抗、 $\mu\Omega\text{cm}$
1	1.2	65	37.6	600
2	1.2	66	31.5	600
3	1.2	69	30.2	550
比較例	1.2	60	80.7	500

と補正する。

(6)